

ERGEBNISSE VON REFLEXIONSMESSUNGEN

O.M.FRIEDRICH und J.G.HADITSCH, (Leoben)

Derzeit wird am Institut für Mineralogie und Ge-
steinskunde der Montanistischen Hochschule Leoben ein
umfangreiches Forschungsprogramm auf den Gebieten der
Reflexionsmessung, der Mikrohärtigkeit und des Heiztisches
durchgeführt, wofür die Firma E.LEITZ (Wetzlar) die Ge-
räte in dankenswerter Weise kostenlos zur Verfügung
stellte. Im folgenden soll nun kurz über einige Ergeb-
nisse von Reflexionsmessungen berichtet werden und
zwar:

- a) Über den Einfluß des Polierverfahrens auf die
Ergebnisse der Reflexionsmessungen und über die
Möglichkeiten diese Ergebnisse durch eine ge-
eignete Auswahl und Kontrolle des Meßfeldes zu
verbessern;
- b) über die Form der Normalverteilung und die Lage
des Mittelwertes und die Abweichung dieser Da-
ten von den Reflexionswerten ausgesuchter Fel-
der und des Schrifttums;
- c) über den Einfluß der Differenz $R-R_g$ auf das Meß-
ergebnis; und
- d) über das mangelnde Sehvermögen des Beobachters
als mögliche Fehlerquelle.

Für die Messungen stand uns ein LEITZ-Mikroskop-Photometer MPV mit einer KNOTT-Elektronik und einem NORMA-Galvanometer zur Verfügung. Es wurde in allen Fällen mit dem Objektiv 16/0.40 bei 590 nm gemessen. Die Größe des Meßfeldes betrug jeweils 100 my^2 .

Folgende Minerale wurden untersucht:

- 1) Gold (Seifengold aus der Salzach, Salzburg)
- 2) Awaruit (South Fork, Smith River, California)
- 3) Platin (Seife Nischne Tagilsk)
- 4) Meteoreisen (Toluacatal, Mexiko)
- 5) Skutterudit (Bou Azzer, Marokko)
- 6) Pentlandit (Lynn Lake, Manitoba, Canada)
- 7) Fahlerz (Finstergraben, Johnsbach, Steiermark)
- 8) Hämatit (Elba)
- 9) Magnetit (Wöllmisberg, Voitsberg, Steiermark)

Erläuterung der Abbildungen:

Abbildung 1: Die Meßeinrichtung (Ortholux, MPV-Aufsatz (Leitz), Knott-Netzgerät, usw.)

Abbildung 2: Eichstandard (Glasprisma, $n_{589} = 1.8930$, $R_{L, 589} = 9.53$)

Abbildung 3: Pol-Interferenzkontrastobjektive nach FRANÇON 8/0.15, 16/0.22, 25/0.20

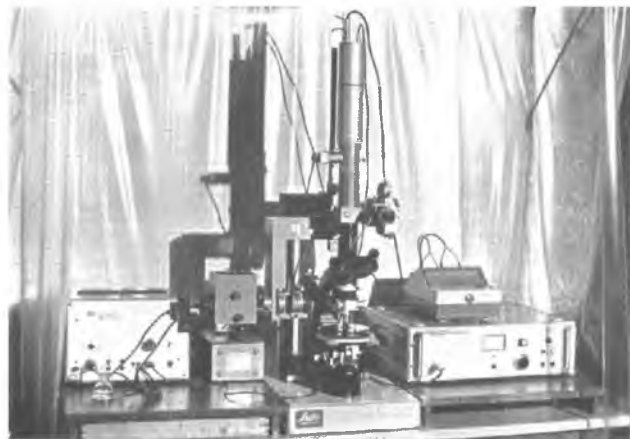


Abbildung 1
Abbildung 2

Abbildung 3

- 10) Zinkblende (Honigblende, Förolach, Kärnten)
- 11) Zinkblende (dunkle Blende vom Kulmburg bei St. Veit/Glan, Kärnten)
- 12) Chromit (Kraubath, Steiermark)

Alle Proben wurden in gleicher Weise mit Carborundum angeschliffen und nach sorgfältigem Feinschliff mit Tonerde auf Holzscheiben poliert. Die Anschliffe waren deshalb als "quasi-relieffrei" zu bezeichnen. Von jedem Mineral wurden mindestens 100 verschiedene Stellen gemessen. Die Gesamtzahl der Messungen liegt bei 1400.

Der Einfluß des Polierverfahrens, und damit der Anschliffgüte, auf die Reflexionsmessungen ist schon wiederholt dargestellt worden, zuletzt von H. KNOSP (1970). Es wurde auch schon oft auf die Vorzüge der Mikrotomie und des elektrolytischen und Elektrowisch-Polierens für die Probenvorbereitung hingewiesen. Leider können diese Methoden aber bei spröden und chemisch widerstandsfähigen Mineralen nicht angewendet werden. Der Auswahl der Meßfelder kommt daher eine besondere Bedeutung zu.

Trotz größter Vorsicht zeigte sich bei den Messungen nicht nur unter verschiedenen Körnern, sondern auch innerhalb eines Kornes selbst eine beträchtliche Streuung der Werte. Da selbstverständlich auch besonders auf die Ausrichtung

der Schliife senkrecht zur Mikroskopachse geachtet worden war, kamen als Ursache für diese Streuungen nur mehr geringe, mit den üblichen mikroskopischen Mitteln nicht mehr erfaßbare Niveauunterschiede in Betracht. Einer Anregung S.KORITNIGs (Göttingen) folgend, prüften wir die "relieffreien" Anschliff-oberflächen mit Pol-Interferenzkontrastobjektiven auf ihre Güte. An solchen standen uns die FRANÇON-Objektive 8/0.15, 16/0.22 und 25/0.20 zur Verfügung. In diesen Systemen ist vor der Frontlinse der Objektive eine SAVART-Doppelplatte in geeigneter Weise montiert. Das Licht wird durch sie in zwei Strahlen gespalten. Der optimale Kontrast kann durch Drehen einer Rändelfassung und damit durch das Kippen der Platte erzielt werden. Auf diese Weise kommen Niveauunterschiede durch Farb- und Helligkeitsunterschiede wie auch durch verschiedenen graue Chagrins zum Ausdruck.

J.GAHM hat schon 1966 anhand eindrucksvoller Bilder auf diese sehr vorteilhafte Methode der Kontrastierung aufmerksam gemacht.

Nun zu den Messungen:

Das bester Ergebnis brachte das Fahlerz von Johnsbach (zum Vergleich: Abb.4): Die Messungen ergaben eine gute Übereinstimmung des Maximums (100 Messungen, 22% davon bei 32.4%RV.) mit dem Wert für das mit dem Françonobjektiv ausgewählten Meßfeld. Dieser Wert (32.4%) paßt gut zu den von MOSES (30.0 - 32.8), weniger gut zu den von BOWIE und BOWIE-TAYLOR genannten Zahlen (29.4 bzw.30.7%).

Abb. 4

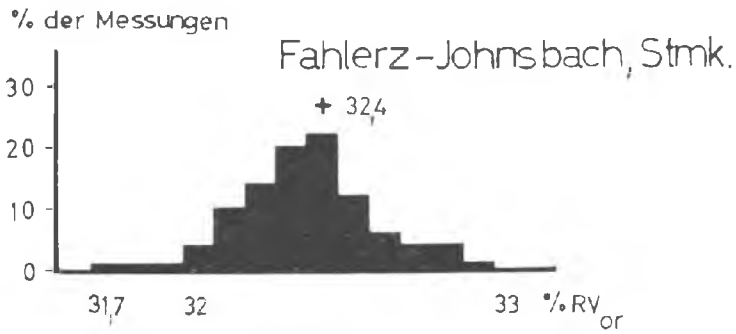
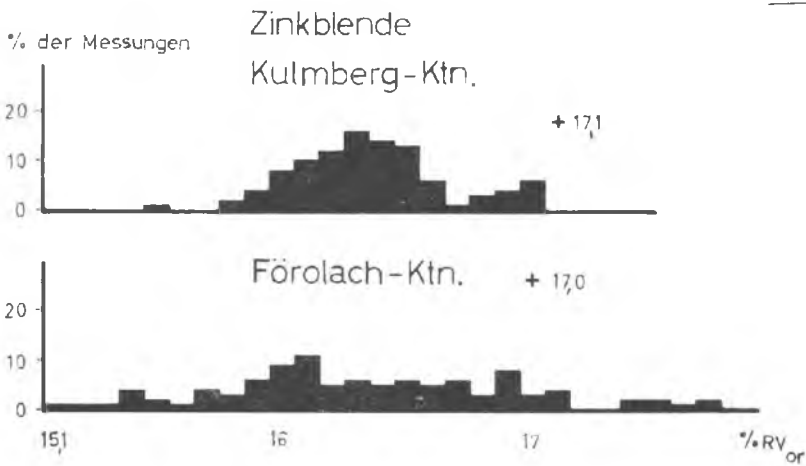


Abb. 5



Abb. 6



Die Mikrohärtigkeit des Fahlerzes wird im Schrifttum mit 351 angegeben, die Talmage-Härte mit B?

Auch Skutterudit erbrachte, allerdings nur für das geprüfte Meßfeld, ein gutes Ergebnis: Er zeigte bei 100 Messungen eine relativ gleichmäßige Verteilung der Daten und wies ein nur schwach entwickeltes Maximum (14% der Messungen) bei einem RV. von 55,0% auf. Die Messung des geprüften Feldes ergab ein RV. von 55,4% (Abb.5). Diese Werte stimmen sehr gut mit den veröffentlichten Daten überein: ORCEL gab 57,5 - 53,5% und BOWIE 55,8% an. Die Differenz unseres Wertes und des BOWIEs liegt also hier bei nur 0,4%. Hier erreichte also nur das aus einer großen Anzahl von Messungen ermittelte Maximum annähernd den Wert des mit dem Françonobjektiv ermittelten Meßfeldes. Die Mikrohärtigkeit des Skutterudits beträgt 653, die Talmage-Härte E-F.

Die beiden Zinkblenden zeitigten recht unterschiedliche und interessante Ergebnisse (Abb.6): Das Histogramm der dunklen Blende vom Kulberg weist ein deutlicher ausgeprägtes Maximum als jenes der Honigblende von Förolach auf. Bei dieser machen sich wohl (obwohl in Luft gemessen wurde und zum Unterschied von jener), wenn auch im geringem Maße in den Werten über 17% die Innenreflexe bemerkbar. Nach der Prüfung mit dem Françonobjektiv wurde für das RV. 17,0% (helle Blende), bzw. 17,1% (dunkle Blende) erhalten. Beide Werte liegen um absolut 0,8 - 0,9% über dem Maximum der Blockdiagramme. Die Werte der geprüften Felder stimmen ausgezeichnet mit den von RAMDOHR genannten Zahlen (BOWIE: 16,9%, berechnet : 17,2%) überein. Die Mi-

krohärtezahl wird für Zinkblende mit 198 angegeben.

Aus diesen Tatsachen kann der Schluß gezogen werden, daß für die erwähnten Minerale (Fahlerz, Skutterudit, Zinkblende) das Polieren mit Tonerde auf Holzscheiben bei späterer Auswahl des Meßfeldes mittels eines Interferenzkontrastobjektives genügt.

Eine interessante Eigenheit zeigte sich beim Pentlandit. 100 Messungen hatten hier nämlich ihr Maximum zwischen 50.2 und 51.5%, was gut mit den von RAMDOHR und BOWIE veröffentlichten Werten (51,52.0%) übereinstimmt (Abb.7). Der Wert für das geprüfte Feld liegt bei 55.0%, zeigt demnach eine deutliche Abweichung von rund 4%. Es entspricht in diesem Falle also das Maximum eher den bisher veröffentlichten Werten als der Wert des mit dem Interferenzkontrastobjektiv ausgesuchten Meßfeldes. Dieser merkwürdige Sonderfall wurde erst durch die Untersuchung des Platins deutbar: Aus einer vorliegenden Waschprobe von Nischne Tagilsk wurden 7 größere Körner, die mehrere Messungen erlaubten, ausgewählt ("a"- "g") und zusätzlich unter "h" eine Reihe von Messungen, die von kleineren Körnern stammen, zusammengefaßt (Abb.8).

Abb.7

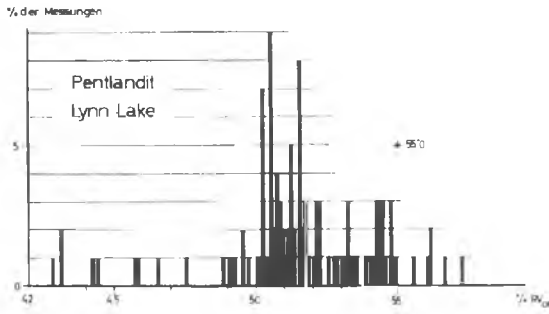


Abb.8

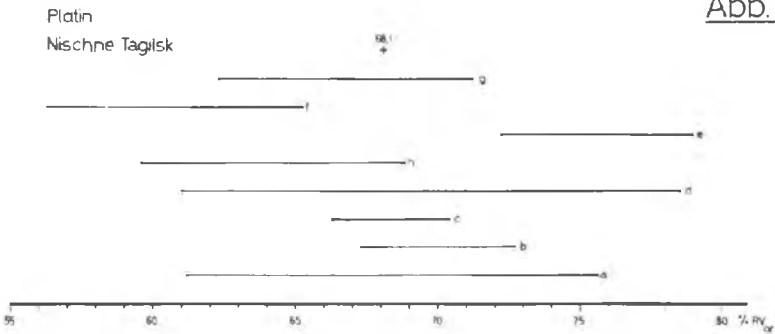


Abb.9

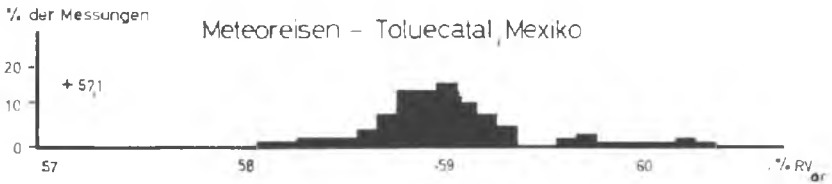


Abb.10



	Zahl der Messungen	$R_{or,L}$ Streuung
a	30	61.2 - 75.6 %
b	30	67.3 - 72.7 %
c	30	66.3 - 70.4 %
d	31	61.0 - 78.5 %
e	20	72.2 - 78.9 %
f	7	56.3 - 65.2 %
g	12	62.3 - 71.2 %
h	68	59.6 - 68.8 %
	228	56.3 - 78.9 %

Eine mit dem Françonobjektiv ausgewählte Probe hatte ein Reflexionsvermögen von 68.1%. Die maximale Streuung beträgt hier also + 10.8% bzw. - 11.8%. Diese starke Streuung bleibt, auch wenn man geringe Niveauunterschiede, die erst mit dem Interferenzkontrastobjektiv zur Geltung kommen, in Rechnung stellt, nicht erklärlich. Sie erfährt ihre Aufklärung, wenn man nicht nur das Meßfeld selbst, sondern auch dessen unmittelbare Umgebung betrachtet. Es stellt sich nämlich bei genauer Analyse der Meßergebnisse heraus, daß alle jene Werte, die unter 64.0 und über 70.5 liegen, von Meßfeldern stammen, die weniger als eine Meßfeldbreite (10 μ m) vom nächsten Schleifkratzer oder von der nächsten Korngrenze entfernt lagen. Besonders bei kleinen Meßbereichen hat also die unmittelbare Umgebung des Meßfeldes für die Meßdaten eine große Bedeutung. Berücksichtigt man

das eben Gesagte, mißt also nur alle kratzer- und korngrenzenfernen Bereiche, so verringert sich im geschilderten Fall die Streuung der Werte auf +2.4 bzw. - 4.1%. Interessanterweise, und zum Unterschied vom später noch zu besprechenden Gold, hat die Kornform anscheinend keinen großen Einfluß auf die Meßdaten, was wohl auf unterschiedliche Schleif- und Polierverhalten, wie auch auf den Mikrohärteunterschied (130 bei Platin gegenüber 51 für Gold) zurückgeführt werden darf. Die Abweichung vom Wert BOWIEs (70.0) beträgt absolut 1.9% und relativ 2.7%.

Auf den Pentlandit zurückkommend sei vermerkt, daß auch hier die niedrigsten Daten (bei 42.8%, usw.) von einem Bereich erhalten wurden, der immerhin noch die doppelte Meßfeldbreite (20 my) von einer Korngrenze entfernt lag. Gegen die Grenze zu stiegen die Werte mehr oder minder gleichmäßig an, bis unmittelbar an der Korngrenze in der Lichtlinie 74.7% gemessen wurden! (Diese Werte wurden in der Abbildung 8 nicht dargestellt!)

Noch ein drittes Beispiel läßt sich in diesem Zusammenhang anführen: Meteoreisen. RAMDOHR führt einen gemessenen Reflexionswert für orange von 59% und einen für Na-Licht berechneten von 56.1% an. Unsere Messungen ergaben auch ein Maximum bei 59.0% (Abb.9). Für den mit dem Fraçonobjektiv ausgewählten Bereich konnte aber ein Reflexionsvermögen von nur 57.1% festgestellt werden. Auch in diesem Beispiel erkennen wir den Einfluß der Korngrenzen (d.h. der Nähe der SCHNEIDERHÖHN'schen Linie) auf das Meßergebnis.

Beim Awaruit zeigt sich eine ziemlich regelmäßige Verteilung der 100 Messdaten. Wie die Abbildung 10 zeigt, tritt kein Maximum hervor. Die Messungen liegen

zwischen 62.5 und 67.2%. Die Messung eines mit dem Françonobjektiv ausgewählten Feldes ergab einen Wert von 69.0%. Leider gibt es unseres Wissen noch wenige andere Meßdaten (RAMDOHR schätzte 1960 das Reflexionsvermögen auf 75-80 %,SCHOUTEN gab 58% an).

Der Magnetit (100 Messungen, Abb. 11) hat ein ausgeprägtes Maximum zwischen 19.8 und 20.0% (insgesamt 76% der Messungen!), liegt also etwas unter dem Wert BOWIEs (20.9). Der Wert für das mit dem Françonobjektiv geprüfte Feld (20.4) kommt dem BOWIEs näher.

Die bisher dargelegten Resultate zusammenfassend kann gesagt werden, daß bei allen Mineralen der Einsatz des Interferenzobjektivs vorteilhaft war und daß, wenn man von Pentlandit absieht, bei Mineralen der Mikrohärtezahlen 198 bis 653 die absoluten Abweichungen höchstens 1% und die relativen höchstens 2.4% erreichten, womit uns erwiesen scheint, daß für Minerale der oben angegebenen Härte das Polieren mit Tonerde ausreicht, sofern die Meßfelder besonders ausgesucht werden. Anders wird es, wenn man weichere oder härtere Minerale untersucht.

Als Beispiele für harte Minerale seien hier Hämatit (Mikrohärtezahl 1009, Talmage-Härte G) und Chromit (Mikrohärtezahl 1206, Talmage-Härte G+) angeführt.

Beim Hämatit handelte es sich um einen grobkristallinen Eisenglanz von Elba, der senkrecht zur optischen Achse angeschliffen wurde und der auch als Eichstandard dienen sollte. Das Ergebnis von 100 Messungen ist im Blockdiagramm (Abb. 12) dargestellt. Der Wert für das geprüfte Meßfeld beträgt

31.0%. Hier gibt es also Abweichungen zu den bisher veröffentlichten Werten von 27.2, 27.5, 27.8% (berechnet ohne Berücksichtigung von Kappa), wobei der Wert für das geprüfte Meßfeld noch stärker, und zwar nach oben, abweicht als das Maximum. Ähnliches kann vom Chromit gesagt werden: 100 Messungen hatten ihr Maximum bei 14.3% (Abb.13). Der Wert des ausgesuchten Feldes liegt bei 14.5% . RAMDOHR gibt für orange 12.5% an. Berechnet man unter Vernachlässigung von Kappa das Reflexionsvermögen für $n = 2.16$, so erhält man für R_L : 13.47%. Die Abweichung (auch hier nach oben) ist also immer noch beträchtlich.

Als Beispiel für die weichen Minerale sei hier das Gold (Mikrohärtezahl: 51) angeführt (Abb.14):

Es wurden fünf Körner gemessen. Entsprechend der Größe ermöglichten sie bei einem Meßfeld von (wie schon oben erwähnt) jeweils 100 my^2 die folgende Anzahl von Messungen und erbrachte nachstehende Streuung:

a)	32 Messungen :	63.1 - 90.4
b)	22 Messungen :	70.1 - 88.7
c)	15 Messungen :	84.1 - 89.2
d)	14 Messungen :	70.1 - 89.9
e)	17 Messungen :	54.2 - 92.1

Die stärkste Streuung wies das Korn e, ein gut gerundeter Flitter der Anisometrie (L:B) 13 auf. Die übrigen Körner waren alle \pm isometrisch und größer.

Die Messung eines mit dem Françonobjektiv ausgesuchten Meßfeldes in Korn a ergab ein RV. von 89.7, ein weiteres Korn (c) ein RV. von 90.2%. Angesichts der Silberarmut des Goldes der Hohen Tauern durfte der Reflexionswert für orange in keinem Fall 82.5% übersteigen. BOWIE bestimmte das Reflexionsvermögen

Abb.11

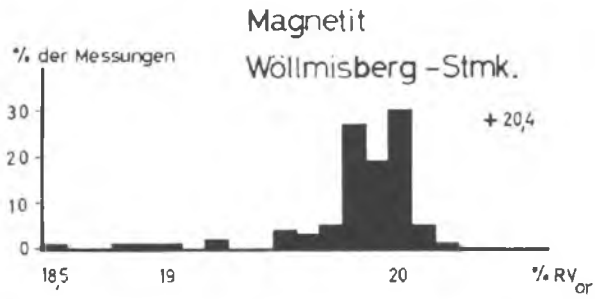


Abb.12

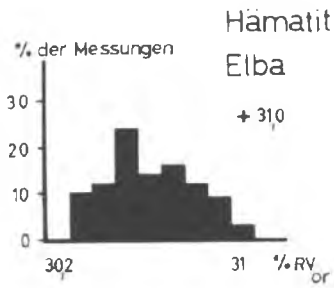


Abb.13

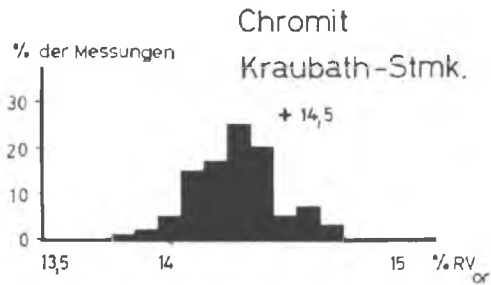
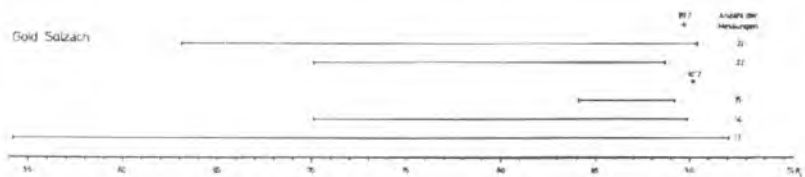


Abb.14



des Goldes mit 80.6% (nach P.RAMDOHR, 1960, p.309,310, Abb. 284). Der Fehler beträgt somit absolut mindestens 7.2 bzw. 7.7% oder, relativ, mindestens 8.7 bzw.9.3%. Der Unterschied der Reflexionswerte des Eichstandards und des Goldes liegt bei 71%. Auch hier also wieder die Abweichung nach oben. Man wäre versucht anzunehmen, daß sich beim Gold auch der hohe Unterschied zwischen dem Reflexionsvermögen des Eichstandards und dem der Probe ($R-R_s$) bemerkbar macht, und tatsächlich hat sich ja durch die Untersuchungen von H.PILLER und K.v.GEHLEN herausgestellt, daß die Genauigkeit der Bestimmung des Reflexionsvermögens von den gewählten Eichstandards abhängt. Konstruktionsbedingt wird nämlich das reflektierte Licht entsprechend seiner Intensität verschieden stark geschwächt, sodaß beispielsweise Minerale mit hohem Reflexionsvermögen nicht auf einen Eichstandard mit niedrigem RV. bezogen werden können. Aus den Ergebnissen der beiden vorgenannten Verfasser geht hervor, daß streng genommen, genaue Messungen einen Eichstandard voraussetzen, der genau dem Reflexionsvermögen der zu messenden Substanz entspricht. Auch die Untersuchungen und theoretischen Ableitungen von KORNDER (1970) gehen in dieselbe Richtung.

Wir haben unsere Messungen mit einem Glasprisma ("J11" der Fa. Leitz) mit einem RV. in Luft bei 589 nm von $R_L=9.53\%$ durchgeführt. Dementsprechend betrug beim Gold $R-R_s = 73$, beim Hämatit, je nach den Literaturwerten, zwischen 17.3 und 18.3 und beim Chromit zwischen 3.0 und rund 3.9%. Es war also anzunehmen, daß das Gold angesichts der hohen Differenz auch die stärksten absoluten und relativen Abweichungen aufweist. Die entsprechenden Zahlen (8.7-9.3% für Gold, ca.12.7% für Hämatit und 8.2 - 16.0 % für Chromit) zeigen aber ganz offensichtlich, daß dem Aus-

druck $R-R_s$ gegenüber der Oberflächengüte nur eine zweitrangige Bedeutung zukommt. Es zeigt sich also, daß bei harten wie auch besonders weichen Mineralen das Interferenzkontrastobjektiv zur Auswahl geeigneter Meßflächen nicht mehr ausreicht, daß vielmehr in diesen Fällen zu einer anderen Präparationstechnik (Mikrotomie, Polieren mit Diamant, elektrolytisches oder Elektro-wisch-Polieren) übergegangen werden muß. Zukünftigen und derzeit noch laufenden Untersuchungen muß es vorbehalten bleiben zu klären, auf wie hoch der tatsächliche Fehler der Messungen bei $R \neq R_s$ anzusetzen ist. Diese Frage ist deshalb von besonderer Bedeutung, weil bisher für die Reflexionsmessungen nur eine geringe Anzahl an geeigneten Standards angeboten werden und sich daher in der Praxis immer wieder die Frage nach dem Meßfehler erhebt. Sollte sich, wie es nach unseren bisherigen Untersuchungen aussieht, herausstellen, daß die Fehler bis zu einer Differenz von $R - R_s = 46\%$ oder noch mehr kaum ins Gewicht fallen, so würde das bedeuten, daß man für die Reflexionsmessungen mit tatsächlich nur zwei Eichsubstanzen (für die höheren Reflexionswerte etwa mit Rhodium oder Wolframcarbid) auskommen würde.

Schließlich sei noch auf eine Fehlerquelle hingewiesen: Es ist für die Reflexionsmessung bekanntlich unbedingt erforderlich, daß die zu messende Stelle scharf eingestellt wird. Dies setzt aber die "Normal-sichtigkeit" des Beobachters voraus. Versuchsreihen in unserem Institut, die aber noch nicht abgeschlossen sind, haben für Personen mit geschwächtem Sehvermögen beträchtliche Meßfehler ergeben. Es ist noch verfrüht darüber abschließend zu berichten. Die endgülti-

gen Ergebnisse werden an anderer Stelle bekannt gemacht werden. Jedenfalls sei jetzt schon vorweggenommen, daß bei einer bestimmten Phase mit einem R_L (590 nm) von 68.0%, im Bereich der landläufigen Kurz- und Weitsichtigkeit (ohne Berücksichtigung einer allfälligen Geräte-Myopie) absolute Fehler bis zu 2.5%, entsprechend einem relativen Fehler von bis zu 3.6%, auftreten können. Die von uns erhaltenen Kurven fordern, zumindest nach unseren bisherigen Ergebnissen, eine vom Beobachter unabhängige Scharfeinstellung, um genauere, "objektivere" Meßdaten erzielen zu können.

Zusammenfassung:

H.PILLER und K.v.GEHLEN bewiesen für Reflexionsmessungen eine Abhängigkeit vom Unterschied des Reflexionsvermögens der Probe und des Eichstandards, d. h. mit anderen Worten, daß exakte Ergebnisse eigentlich nur dann möglich sind, wenn das R gleich dem R_s ist. Da bisher für alle Meßbereiche geeignete Eichsubstanzen noch nicht zur Verfügung stehen, wurde versucht, die Meßfehler für verschiedene Minerale (Gold, Pentlandit, Zinkblende, Fahlerz, Skutterudit, Magnetit, Chromit, Hämatit u.a.) in Bezug auf eine bestimmte Wellenlänge (590 nm) und einen Eichstandard (311 der Firma E.Leitz: $R_L = 9.53\%$) festzustellen.

Die gemessenen Ausschnitte wurden dabei stets mit dem Interferenzkontrastobjektiv nach FRANÇON kontrolliert. Dabei ergab sich für die Messungen verschiedener Minerale mit bestimmten Schleif- und Poliereigenschaften die unabdingbare Forderung nach derartigen Kontrollen.

Außerdem werden Angaben über den Einfluß der Sektüchtigkeit des Beobachters auf die Meßergebnisse gemacht.

Ausgewähltes Schrifttum:

- BOWIE, H. S. U.-K. TAYLOR: A system of ore identification.-
Atom. Energ. Confer., Genova, A/Conf. 15/P/42,
1958.
- GAHM, J.: Ein neuer Mikrohärteprüfer.-Zeitschrift für
Information.- 1966, 62, :120- 127.
- KNOSP, H.: Die Anwendung der Mikroreflexionsmessung in
der Metallographie.-Archiv f. Lagerstätten-
forschung in den Ostalpen, 10, 1970: 1- 22.
- KORNDER, Fr.: Der Einfluß des Strahlenteilers auf mikro-
photometrische Reflexionsmessungen.-Archiv
f. Lagerstättenforschung in den Ostalpen, 10,
1970: 93 - 101.
- PILLER, H.-K. v. GEHLEN: On Errors of Reflectivity Measure-
ments and of Calculations of Refractive In-
dex n and Absorption Coefficient k .-Am.
Min., 49, 1964: 867 -882.
- RAMDOHR, P.: Die Erzminerale und ihre Verwachsungen.-
Akademie-Verlag, Berlin, 1960, 1089p.
- SCHOUTEN, C.: Determination Tables for Ore Microscopy.-
Elsevier Publ. Comp., Amsterdam-New York,
1962, 242p.